

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Debora Briševac

Zagreb, 2018.



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Karakterizacija Al_2O_3 suspenzija stabiliziranih
polielektrolitnim disperzantom

Mentor:

Dr.sc. Lidija Čurković, prof.

Student:

Debora Briševac

Zagreb, 2018.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Ovom bih se prilikom htjela zahvaliti prof. dr. sc. Lidiji Ćurković, a posebno asistentici Ivani Sever, mag. appl. chem. na svim korisnim savjetima, dobroj volji i pomoći u svakom trenutku.

Debora Briševac

Ovaj rad izrađen je na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu uz financijsku potporu Hrvatske zaklade za znanost projektom IP-2016-06-6000 *Napredna monolitna i kompozitna keramika za zaštitu od trošenja i korozije, (WECOR).*





SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Debora Briševac**

Mat. br.: 0035202884

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Karakterizacija Al_2O_3 suspenzija stabiliziranih polielektrolitnim disperzantom**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Characterization of Al_2O_3 suspensions stabilized with polyelectrolyte dispersant**

Opis zadatka:

Jedan od načina oblikovanja tehničke keramike je lijevanje suspenzije. Postupak se sastoji od lijevanja stabilne keramičke suspenzije u porozne upijajuće gipsane oblike. Postupak lijevanja može biti jako kompliciran ukoliko nisu odabrani odgovarajući aditivi koji utječu na stabilnost suspenzije. Jedan od načina stabilizacije keramičke suspenzije je primjenom polielektrolitnih disperzanata.

U ovom je završnom radu potrebno:

1. prirediti 70 %-tne Al_2O_3 vodene suspenzije uz različiti udio polielektrolitnog disperzanta (amonij polimetakrilat, trgovačkog naziva Darvan C-N)
2. u planetarnom mlinu homogenizirati priređene suspenzije, izmjeriti pH-vrijednost suspenzija, ukloniti mjehuriće zraka iz suspenzija
3. snimiti krivulje tečenja: ovisnost viskoznosti o brzini smicanja te ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja
4. pri procjeni eksperimentalnih podataka primijeniti potencijalski model, Herschel-Bulkleyjev model te Binghamov model.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

30. studenog 2017.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Lidija Ćurković

Rok predaje rada:

1. rok: 23. veljače 2018.

2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2018.

3. rok: 21. rujna 2018.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 26.2. - 2.3. 2018.

2. rok (izvanredni): 2.7. 2018.

3. rok: 24.9. - 28.9. 2018.

Predsjednik Povjerenstva:

Izv. prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS OZNAKA	V
SAŽETAK.....	VI
SUMMARY	VII
1. UVOD	1
2. TEORIJSKI DIO.....	3
2.1. Tehnička keramika	3
2.2. Aluminijev oksid - Al_2O_3	5
2.3. Proizvodnja keramike	8
2.4. Lijevanje suspenzija	12
2.5. Priprava stabilne suspenzije.....	13
2.5.1. Elektrostatička stabilizacija.....	15
2.5.2. Sterička stabilnost	16
2.5.3. Elektrosterička stabilizacija.....	17
2.6. Reološka svojstva	17
3. EKSPERIMENTALNI DIO	21
3.1. Polazni materijali.....	21
3.2. Priprava suspenzije	23
4. REZULTATI I RASPRAVA.....	27
5. ZAKLJUČAK	33
LITERATURA.....	34

POPIS SLIKA

Slika 1. Stare posude izrađene od gline [2]

Slika 2. a) mikrokristalna Al_2O_3 struktura, b) grubokristalna Al_2O_3 struktura [10]

Slika 3. Lijevo – romboedarska kristalna struktura $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, desno – projekcija u [110] ravnini [11]

Slika 4. Struktura korunda [35]

Slika 5. a) neobrađeni safir, b) neobrađeni rubin, c) obrađeno drago kamenje [12,13]

Slika 6. Boksitna ruda [14]

Slika 7. Vodiči za žice od aluminij oksidne keramike [17]

Slika 8. Koraci pri izradi materijala [prema 6]

Slika 9. Bitne faze u procesu proizvodnje keramike [7]

Slika 10. Postupci oblikovanja keramike [prema 18]

Slika 11. Rast zrna tijekom procesa sinteriranja [18]

Slika 12. Tolerancije mjera nakon sinteriranja i nakon tvrde obrade [18]

Slika 13. Shematski prikaz proizvodnje tradicionalne keramike lijevanjem suspenzija [20]

Slika 14. Razlozi primjene oblikovanja keramike lijevanjem suspenzija [prema 23]

Slika 15. Ciljevi stabiliziranja suspenzija [prema 23]

Slika 16. Utjecaj naboja na pH vrijednost i strukturu aglomerata [prema 31]

Slika 17. Elektrostatička stabilizacija [prema 24]

Slika 18. Sterička stabilizacija [prema 24]

Slika 19. Utjecaj količine disperzanta na stabilnost [prema 31]

Slika 20. Elektrosterička stabilizacija [prema 24]

Slika 21. Gibanje fluida [25]

Slika 22. Karakteristični dijagram smicanja za fluide (oznake 1-5 istovjetne s podjelom fluida) [prema 27]

Slika 23. Al_2O_3 prah

Slika 24. Strukturna formula Darvan C-N

Slika 25. Korišteni disperzant Darvan C-N

Slika 26. a) vaganje disperzanta, b) laboratorijska oprema

Slika 27. S lijeva na desno: otopljeni disperzant u vodi, prah, posuda, kuglice

Slika 28. Planetarni kuglični mlin Retsch PM 100 izvana (lijevo gore), iznutra (lijevo dolje te detalj desno)

Slika 29. Ultrazvučna kupelj BRANSONIC 220

Slika 30. a) pH metar, b) sonda uronjena u suspenziju

Slika 31. Rotacijski viskozimetar Brookfield DV-III Ultra i detalj lijevo (komora za uzorak)

Slika 32. Ovisnost viskoznosti o smičnoj brzini

Slika 33. Ovisnost smičnog naprezanja o smičnoj brzini

Slika 34. Ovisnost viskoznosti o udjelu disperzanta

Slika 35. Obrada rezultata reoloških mjerenja 70 %-tne Al_2O_3 suspenzije s 0.6 % disperzanta Darvan C-N u programskom paketu Rheocalc V3.3: Binghamov model

Slika 36. Obrada rezultata reoloških mjerenja 70 %-tne Al_2O_3 suspenzije s 0.6 % disperzanta Darvan C-N u programskom paketu Rheocalc V3.3: Herschel-Bulkley model

Slika 37. Obrada rezultata reoloških mjerenja 70 %-tne Al_2O_3 suspenzije s 0.6 % disperzanta Darvan C-N u programskom paketu Rheocalc V3.3: Power-law model

POPIS TABLICA

Tablica 1. Podjela keramike prema kemijskom sastavu [7]

Tablica 2. Usporedba svojstava keramike, metala i polimera [prema 6]

Tablica 3. Svojstva koloidnih otopina [prema 22]

Tablica 4. Kemijski sastav Al_2O_3 praha

Tablica 5. Sastav pripremljenih suspenzija

Tablica 6. Prosječna pH-vrijednost pripremljenih suspenzija

Tablica 7. Parametri različitih modela za 70%-tnu suspenziju Al_2O_3 stabiliziranu s različitim udjelima disperzanta

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
γ	s^{-1}	brzina smicanja
ρ	Pa·s	plastična viskoznost
η	Pa·s	dinamička viskoznost
τ	Pa	smično naprezanje
τ_0	Pa	granica tečenja
F	N	sila
k		indeks konzistencije (tečenja)
m	g	masa
n		konstanta smične brzine
S	m^2	površina
V	l	volumen
w	%	volumni udio

SAŽETAK

U ovom radu opisuje se postupak pripravljanja Al_2O_3 suspenzija za oblikovanje keramike postupkom lijevanja. Da bi suspenzija bila stabilna, u nju je potrebno dodati neku vrstu aditiva. Disperzanti su jedna od vrsta aditiva koji se dodaju kako bi se postigla stabilnost, a u suspenziju se moraju dodati u optimalnoj koncentraciji, kako bi se postigla optimalna viskoznost. Istraživanje je usmjereno na nalaženje optimalne koncentracije disperzanta Darvan C-N (amonijeva sol polimetakrilne kiseline). Prilikom ispitivanja pripravljeno je pet 70%-tnih suspenzija s različitim udjelima disperzanta: 0,4 – 1,2%. Priprava suspenzija sastoji se od homogenizacije Al_2O_3 praha s disperzantom i vodom u planetarnom kugličnom mlinu, uklanjanja mjehurića zraka u ultrazvučnoj kupki, potom mjerenja pH vrijednosti pomoću pH metra te reoloških svojstava na rotacijskom viskozimetru. Pomoću viskozimetra snimaju se krivulje tečenja (ovisnost viskoznosti o brzini smicanja i ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja). Dobiveni se rezultati potom uspoređuju s Power-law (potencijskim) modelom, Herschel-Bulkleyjevim modelom te Binghamovim modelom.

Iz rezultata reoloških mjerenja utvrđeno je da suspenzija Al_2O_3 s 0,6% Darvan C-N disperzanta ima najpovoljnija svojstva za oblikovanje keramike postupkom lijevanja.

Ključne riječi: Al_2O_3 , disperzant, reološka svojstva

SUMMARY

In this paper the procedure of preparing Al_2O_3 suspension for ceramic molding by slip casting is described. To achieve suspension stability, it is necessary to add some kind of an additive. Dispersants are one of the types of additives added to a suspension to achieve stability, but they must be added at an optimum amount to achieve optimal viscosity. The research is focused on finding the optimal concentration of Darvan C-N (ammonium polymethacrylate) dispersant. During the assay, five 70% suspensions with different concentrations of dispersant were prepared: 0.4 to 1.2%. Preparation of the suspension consists of the homogenization of Al_2O_3 powder with dispersant and water in the planetary ball mill, removal of the air bubbles in the ultrasonic bath, then measuring the pH value with pH meter and the rheological properties on the rotational viscosimeter. Viscosimeters record flow curves (viscosity vs. shear rate and shear stress vs. shear rate). The results are then compared to the Power-law (potential) model, the Herschel-Bulkley model and the Bingham model.

From the results of rheological measurements, it was found that the Al_2O_3 suspension with 0.6% Darvan C-N dispersant has the most favorable properties for ceramic molding by slip casting.

Key words: Al_2O_3 , dispersant, rheological properties

1. UVOD

Keramika (grč. *κεραμική [τέχνη]*: lončarsko umijeće, lončarstvo) je anorganska nemetalna tvar spojena primarno ionskim i/ili kovalentnim vezama, industrijski proizvod ili umjetni predmet. Iako postoje dokazi o oblikovanju i pečenju gline (jedna vrsta keramike) i prije, uglavnom se govori kako se keramika počinje koristiti u ranom neolitiku. Najranija proizvodnja rukom oblikovane keramike javlja se na području Bliskog istoka oko 7000. godine pr. Kr. Tehnologija oblikovanja keramike brzo se razvija te se primjena širi i na područja od Mezopotamije prema Sredozemlju pa sve do zapadne Europe. Izrađivale su se razne posude, kipići, čaše, vaze, nakit itd. 6. tisućljeće pr. Kr. karakterizira otkriće nove vrste keramike – porculan, a javlja se u Kini. S godinama proizvodi postaju sve složeniji, a oblikovanje rukom zamjenjuje se upotrebom lončarskih kola. U Hrvatsku su lončarsko kolo donijeli Kelti, a najveća proizvodnja odvijala se na samom sjeveru te uz obalu i zaleđe. Oko 15. st. postaje popularno oblaganje zidova i podova keramikom. Keramika je imala veliku ulogu u pokretanju industrijskog razvoja, a primjena keramike u tehnici, koju danas poznajemo, započinje između 19. i 20. st. [1].



Slika 1. Stare posude izrađene od gline [2]

Keramika je danas vrlo rasprostranjen materijal koji se koristi u raznim područjima kao što su strojarstvo, elektrotehnika, elektronika, kiparstvo, građevinarstvo, tekstilna industrija, bijela tehnika, itd. Primjeri primjene imaju širok opseg, od posuđa u kućanstvu, dijelova oklopnih prsluka, vozila i svemirskih letjelica, upotrebljava se i kao toplinski izolator, za izradu kućišta satova te ima razne primjene u medicini (npr. implantati) itd. [3].

Razlozi primjene keramike uglavnom su zbog jednostavnosti izrade i njenih povoljnih svojstava. Prednosti keramike su visoko talište, visoka tvrdoća te tlačna i savojna čvrstoća, visoka krutost, otpornost na trošenje i korozijska postojanost, mala gustoća, niska vodljivost (i toplinska i električna) te niska toplinska rastezljivost. Glavni nedostaci koji se javljaju kod keramike je visoka krhkost, zbog njene visoke tvrdoće te niska vlačna čvrstoća i otpornost na toplinski šok. Također, veliki je nedostatak visoka cijena sirovina i samog postupka oblikovanja. Unatoč nedostacima, keramika je sve više zastupljena u inženjerskom području, a isto tako se sve češće koristi za razne konstrukcije. Dvije su vrste keramike koja se koristi u inženjerske svrhe: tradicionalna i inženjerska (tehnička) keramika [4].

Tradicionalna keramika izrađena je od tri komponente: gline, silike i feldspata. Upravo zbog višefaznosti, mikrostruktura tradicionalne keramike je neujednačena. Njene najčešće primjene su za cigle i pločice u građevini te električki porculan u električnoj industriji [5].

2. TEORIJSKI DIO

2.1. Tehnička keramika

Tehnička keramika pripada skupini tehničkih materijala koji se danas koriste. Ostali tehnički materijali su metali i legure, polimeri, stakla te kompoziti. Kao što je već spomenuto, veze između atoma u keramici su mješavina kovalentnih i ionskih veza. Za izradu tehničke keramike koriste se čiste i gotovo čiste komponente oksida, karbida ili nitrída. Zbog toga joj je mikrostruktura homogenija i manje porozna u odnosu na tradicionalnu keramiku. Tehnička se keramika dijeli prema veličini zrna, prema namjeni i prema kemijskom (mineralnom) sastavu [6].

Podjela prema veličini zrna:

- a) gruba keramika (zrna veličine 0,1-0,2 mm) → tradicionalna keramika,
- b) fina keramika (zrna veličine <0,1 mm) → tehnička keramika.

Podjela prema namjeni:

- a) visokokvalitetna keramika,
- b) konstrukcijska keramika,
- c) industrijska keramika,
- d) inženjerska keramika,
- e) funkcionalna keramika,
- f) elektrokeramika,
- g) rezna keramika te
- h) biokeramika.

Tablica 1. Podjela keramike prema kemijskom sastavu [7]

Silikatna keramika	Oksidna keramika	Neoksidna keramika
tehnički poculan	aluminijev oksid Al_2O_3	silicijev karbid SiC
steatit	magnezijev oksid MgO	silicijev nitrid Si_3N_4
kordijerit	cirkonijev oksid ZrO_2	aluminijev nitrid AlN
mulit	aluminijev titanat	borov karbid B_4C
	olovni cirkonat-titanat	borov nitrid BN

Silikatna keramika čini najveći dio keramičkih proizvoda, a također je i prva vrsta keramike koja se koristila u svijetu. Materijali od silikatne keramike su višefazni i sadrže visok udio staklene faze (>20%), s najvećim udjelom SiO₂.

Oksidna keramika obuhvaća materijale koji se sastoje od jednofaznih i jednokomponentnih metalnih oksida s udjelom većim od 90% te gotovo da ne sadrži udjele staklenih faza.

Neoksidna keramika ima visok sadržaj karbida koji su električni vodiči te visok udio kovalentnih veza koji joj osiguravaju primjenu na visokim temperaturama i ostala povoljna svojstva [8].

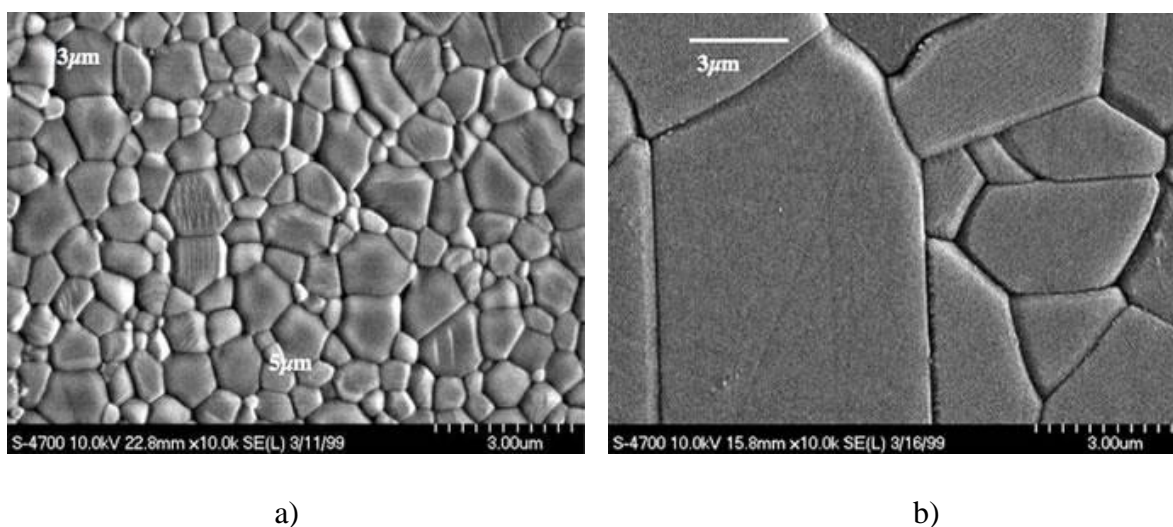
Tablica 2. Usporedba svojstava keramike, metala i polimera [prema 6]

SVOJSTVA	KERAMIKA	METALI	POLIMERI
Tvrdoća	↑↑	↓	↓↓
Modul elastičnosti	↑↑	↑	↓
Otpornost na visoke temperature	↑	↓	↓↓
Toplinska rastezljivost	↓	↑	↑
Duktilnost	↓	↑	↑
Otpornost na koroziju	↑	↓	↓
Otpornost na trošenje	↑	↓	↓
Električna vodljivost	↑↓	↑	↓
Gustoća	↓	↑	↓↓
Toplinska vodljivost	↑↓	↑	↓

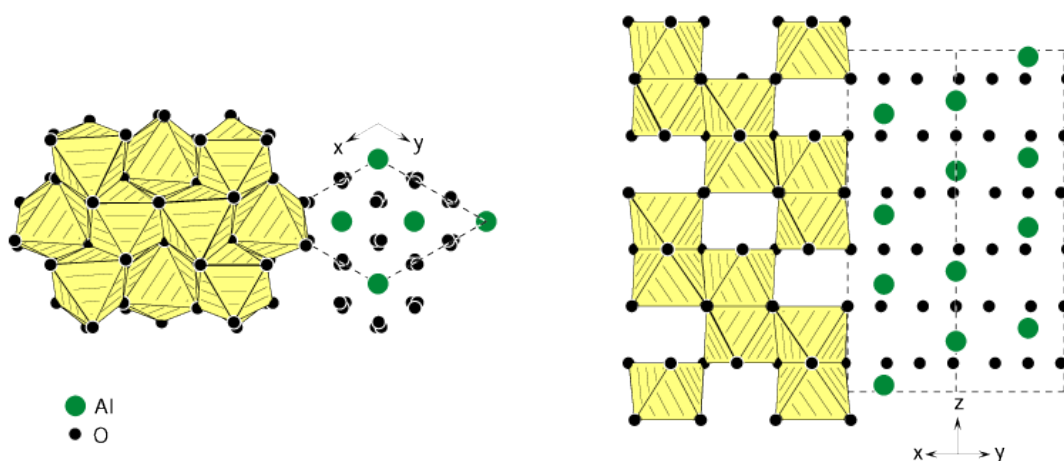
Iz tablice 2 vidi se kako keramika ima svojstva koja konkuriraju metalima, a bolja su od gotovo svih polimernih materijala.

2.2. Aluminijev oksid - Al_2O_3

Aluminijev oksid (Al_2O_3), često zvan i alumina, glavni je predstavnik oksidne keramike, ali je i jedan od najproučavanijih i najkorištenijih materijala u svijetu. U primjeni se najčešće koriste materijali koji u svom sastavu imaju udio aluminijeva oksida 80-99%. Zbog razlika u kristalnoj strukturi razlikujemo alfa aluminu (korund, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) te γ , δ , η , θ , κ , χ , t i ε faze. Korund je jedina stabilna faza pri povišenim temperaturama, dok su ostale metastabilne. Također, ovisno o kvaliteti praha, alumina može biti grubokristalna ili mikrokristalna [9].

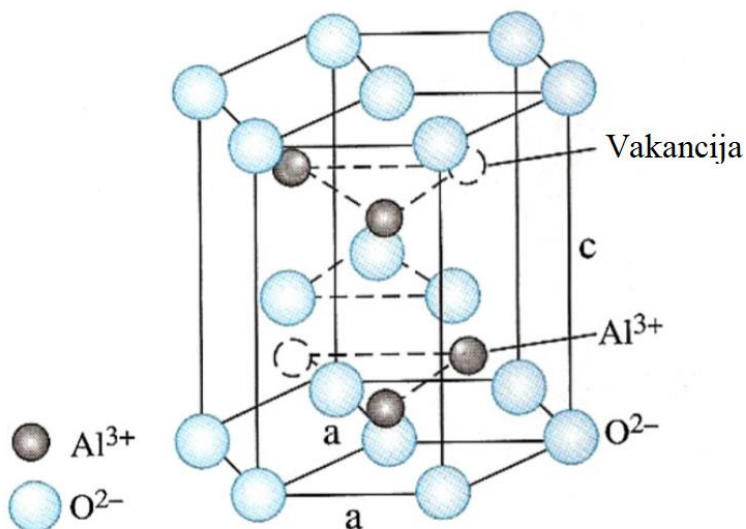


Slika 2. a) mikrokristalna Al_2O_3 struktura, b) grubokristalna Al_2O_3 struktura [10]



Slika 3. Lijevo – heksagonska kristalna rešetka $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ s rasporedom atoma, desno – projekcija u $[110]$ ravnini [11]

Korund, tj. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ je kristalni oblik aluminijevog oksida s tvrdoćom 9 Mohsove skale. Korund ima heksagonalnu kristalnu rešetku s parametrima $a=4,754 \text{ \AA}$ i $c=12,99 \text{ \AA}$ (slika 4).



Slika 4. Struktura korunda [35]

U sebi zna sadržavati tragove kroma, titana i željeza (nečistoće), a u prirodi se može naći u sedimentnim, eruptivnim i metamorfnim stijenkama. Zbog svog pravilnog izgleda, poznat je kao jedan od vrsta dragog kamenja koji je inače bezbojan, no upravo zbog nečistoća koje sadrži, češće je obojen. Najpoznatiji primjer korunda je rubin, koji zbog kroma poprima crvenu boju te npr. safir koji je modar zbog dodatka željeza i titana.



a)



b)



c)

Slika 5. a) neobrađeni safir, b) neobrađeni rubin, c) obrađeno drago kamenje [12,13]

Čisti aluminij (Al), ali i aluminijev oksid dobivaju se iz iste rude – boksita. Boksit je mineralni agregat crvenosmeđe boje, a sastoji se od mješavine bemita $\alpha\text{-AlO(OH)}$, dijaspora $\beta\text{-AlO(OH)}$ i hidrargilita Al(OH)_3 s visokim sadržajem nečistoća.



Slika 6. Boksitna ruda [14]

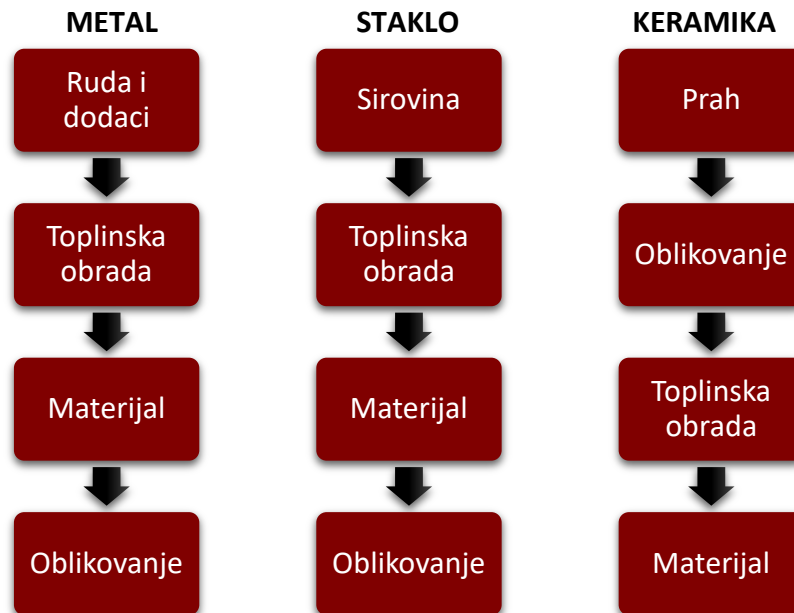
Glavna svojstva aluminij oksidne keramike su visoka čvrstoća i tvrdoća, stabilnost i korozijska postojanost pri visokim temperaturama, otpornost na trošenje te biokompatibilnost zbog čega se primjenjuje u elektronici, medicinskim i računalnim poljima i sl. Jedini nedostaci su mala lomna žilavost i savojna čvrstoća čime se smanjuje njena mogućnost primjene za npr. izradu reznih alata [15, 16].



Slika 7. Vodiči za žice od aluminij oksidne keramike [17]

2.3. Proizvodnja keramike

Proces dobivanja keramike razlikuje se od procesa dobivanja metala ili stakla jer se oblikovanje provodi prije toplinske obrade dok se staklo i metali prvo toplinski obrađuju pa se tek na kraju oblikuju (slika 8).



Slika 8. Koraci pri izradi materijala [prema 6]

O tome kakva će biti svojstva keramičkih materijala i mikrostruktura utječu izbor praha, način oblikovanja i vrsta sinteriranja. Bitne faze u proizvodnji keramike prikazane su na slici 9.



Slika 9. Bitne faze u procesu proizvodnje keramike [7]

Sam proces započinje odabirom praha i pripremom smjese. Za prah je bitan povoljan izbor čistoće, veličine zrna i specifične površine zrna. U prah se dodaju i razni aditivi (dodaci) kako bi se poboljšala svojstva kao što su tečenje, plastificiranje i ojačanje, ali i kako bi se smanjilo vrijeme i temperatura sinteriranja.

Kako bi se dobila željena veličina zrna praha, provodi se postupak mljevenja. Mljevenje je mehanički postupak pri kojemu dolazi do lomljenja i hladnog oblikovanja zrna. Za mljevenje se danas najčešće koriste razni kuglični mlinovi koji se pune prahom i kuglicama za mljevenje. Kuglice za mljevenje obavezno moraju biti od istog materijala kao i prah koji se melje kako se smjesa nebi kontaminirala njihovim trošenjem. Kuglice se pri rotaciji mlina podižu na određenu visinu s koje slobodno padaju ili se kotrljaju te na prah djeluju udarno ili silama trenja. Kako bi smjesa praha i dodataka bila homogenizirana, potrebno ju je nakon mljevenja dobro izmiješati. Ovisno o postupku oblikovanja, smjese se različito pripremaju.

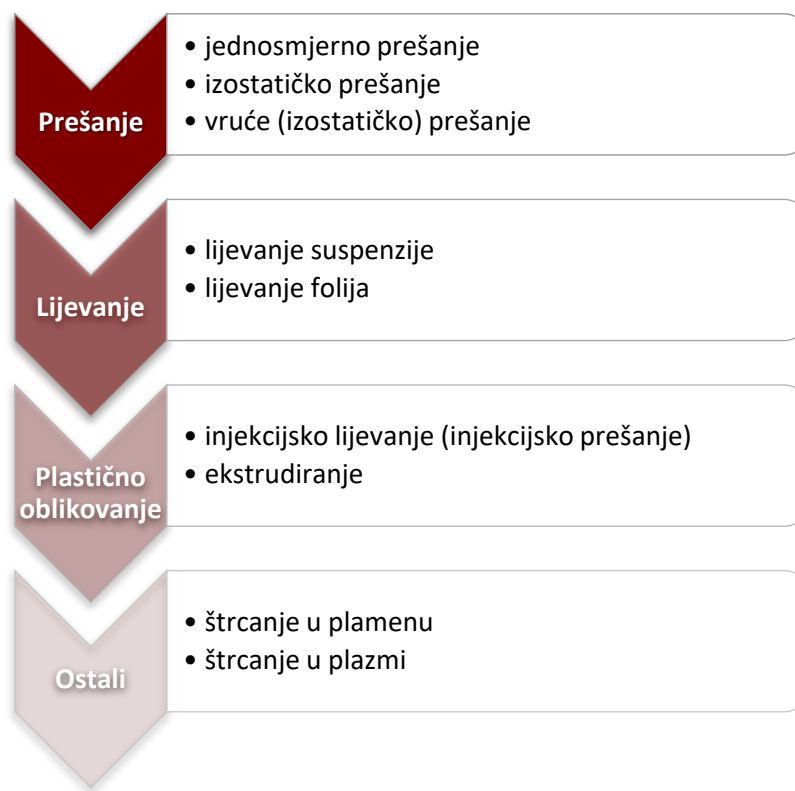
Smjese mogu biti u obliku suspenzija, granulata ili keramičkih „tijesta“. Suspenzije se koriste kod postupaka lijevanja keramike, granulati za prešanje, a keramička tijesta, tj. oblikovljive mase, koriste se kod ekstrudiranja. Oblikovanje ili kompaktiranje je postupak zgušnjavanja praha u svrhu dobivanja sirovaca (zelenih izradaka) koji imaju dovoljnu čvrstoću za daljnje rukovanje.

U tom se stanju i dalje mogu prerađivati. Važne karakteristike postupka su jednoliki gradijenti gustoće i teksture kako nakon pečenja nebi došlo do deformacija i zaostalih naprezanja u strukturi.

Podjela postupaka oblikovanja keramike prema udjelu vode:

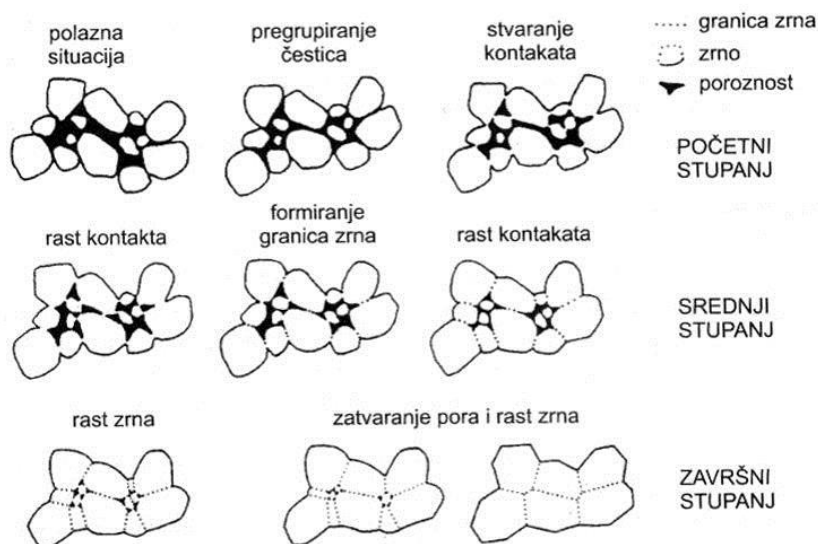
- a) prešanje, vlažnost 0-15%,
- b) plastično oblikovanje, vlažnost 15-25%,
- c) lijevanje, vlažnost > 25%.

Postupci oblikovanja prikazani su na slici 10.



Slika 10. Postupci oblikovanja keramike [prema 18]

Kada se postigne željeni oblik sirovca, potrebno je provesti postupak sinteriranja (sraščivanja) (slika 10). Sirovci u sebi sadrže veliki udio vlage i raznih pomoćnih sredstava koje je potrebno ukloniti procesima izgaranja ili hlapljenja pri visokim temperaturama (izgaranje aditiva i sušenje). Neki se keramički materijali prije sinteriranja prožaruju kako bi se dobila bolja mehanička svojstva od sirovaca (viša čvrstoća), ali i dalje manja od sinteriranog proizvoda kako bi se omogućila lakša strojna obrada (bijela obrada). Sinteriranje (pečenje) je postupak zagrijavanja sirovca na visoke temperature pri čemu dolazi do spajanja čestica uz smanjenje poroznosti i istovremenog skupljanja otpreska u svrhu povećanja gustoće, čvrstoće i tvrdoće keramičkih materijala. Proces se najčešće provodi pri temperaturama od oko 1050 °C do 2200 °C u prikladnim zaštitnim atmosferama (po potrebi). Skupljanje nastalo uklanjanjem vlage i aditiva može postići vrijednosti i do 20%.



Slika 11. Rast zrna tijekom procesa sinteriranja [18]

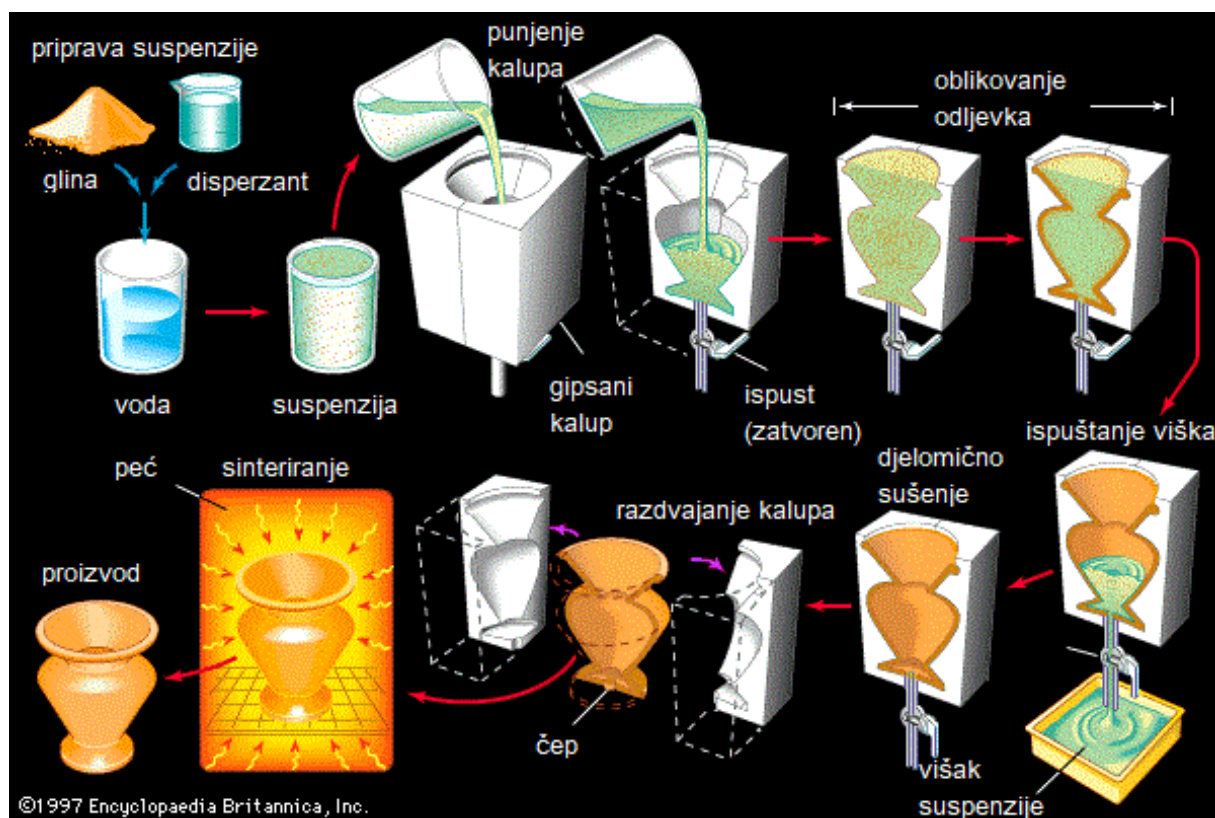
Posljednji korak kod proizvodnje keramike je završna obrada. Završna obrada obuhvaća postupke kao što su brušenje, lepanje, poliranje te obrada laserom. Tvrdra obrada, tj. brušenje, koristi se na dijelovima koji nakon zelene obrade (nakon oblikovanja) i bijele obrade (nakon prožarivanja) imaju gotovo konačne mjere. Time se postižu uske tolerancije i razni zahtjevi kao što su točnost dimenzija, stanje površine, raznovrsnost oblika itd. (slika 12). Zbog visoke tvrdoće keramičkih dijelova, za obradu se koriste dijamantni alati [7, 18, 19].

Faze izrade	Izradak	Standardne tolerancije	Tolerancije/ precizniji postupci
Oblikovanje/ Obrada sirovaca			
Sinteriranje		$\pm 2 \%$	$\pm 1 \%$
Završna obrada		$\pm 2 \mu\text{m}$	$\pm 1 \mu\text{m}$

Slika 12. Tolerancije mjera nakon sinteriranja i nakon tvrde obrade [18]

2.4. Lijevanje suspenzija

Lijevanje suspenzija je vrlo jednostavna i jeftina metoda kojom se mogu proizvesti prototipovi i komplicirani geometrijski dijelovi, ali i veliki izradci. Također, jedna od glavnih prednosti postupka je ekološka prihvatljivost, što je sve traženije svojstvo proizvodnje u današnjem svijetu. Lijevanje je postupak koji se sastoji od miješanja keramičkog praha s destiliranom vodom i potrebnim dodacima. Za lijevanje je potrebno pripremiti stabilnu suspenziju koja se ulijeva u porozne, upijajuće, gipsane oblike (slika 13). Gips je pogodan materijal za kalupe jer zbog svoje poroznosti brzo i lako upija vodu. Nakon punjenja kalupa, na stijenkama se počinje stvarati sloj čestica koji kod punih odljevaka raste do konačnog oblika, dok se kod šupljih lijevova višak suspenzije izlijeva pri postizanju željene debljine stijenki. Postupak lijevanja koristi se za proizvodnju monolitne, ali i kompozitne keramike [7, 18, 19].



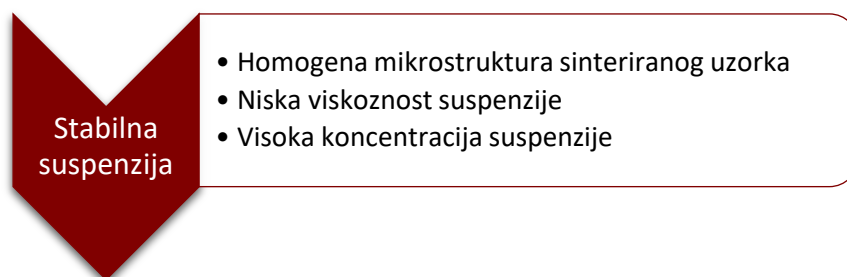
Slika 13. Shematski prikaz proizvodnje tradicionalne keramike lijevanjem suspenzija [20]



Slika 14. Razlozi primjene oblikovanja keramike lijevanjem suspenzija [prema 23]

2.5. Priprava stabilne suspenzije

Kako bi se kod lijevanja keramike dobio kvalitetan proizvod koji ima zadovoljavajuću gustoću i homogenost te željena, ujednačena svojstva potrebno je pripremiti stabilnu suspenziju.



Slika 15. Ciljevi stabiliziranja suspenzija [prema 23]

Ako suspenzija nije stabilna, dolazi do nakupljanja čestica (aglomeracije) koje otežavaju punjenje kalupa, a kasnije stvaraju nepravilnosti u mikrostrukturi koje rezultiraju lošim mehaničkim, tribološkim i kemijskim svojstvima. Aglomeracija i sedimentacija nastaju zbog djelovanja gravitacijske sile i elektrostatičkih sila među česticama. Svaka nepravilnost ili pogreška u strukturi prenosi se na idući korak proizvodnje, što znači da je potrebno krenuti od pravilno pripremljenje stabilne suspenzije s odgovarajućim svojstvima kao što su zeta potencijal, viskoznost, gustoća i sastav [16, 21].

Stabilna suspenzija je koloidni sustav u kojemu su čestice dispergirane faze veće od onih u molekularnim otopinama, a manje od onih u grubim disperzijama, a iste se nalaze u kapljevitom mediju. Koloidi mogu nastati na dva načina: disperzijom većih čestica ili kondenzacijom molekularnih otopina. Koloidne čestice se u otopini gibaju na temelju Brownovog gibanja te posjeduju električni naboj.

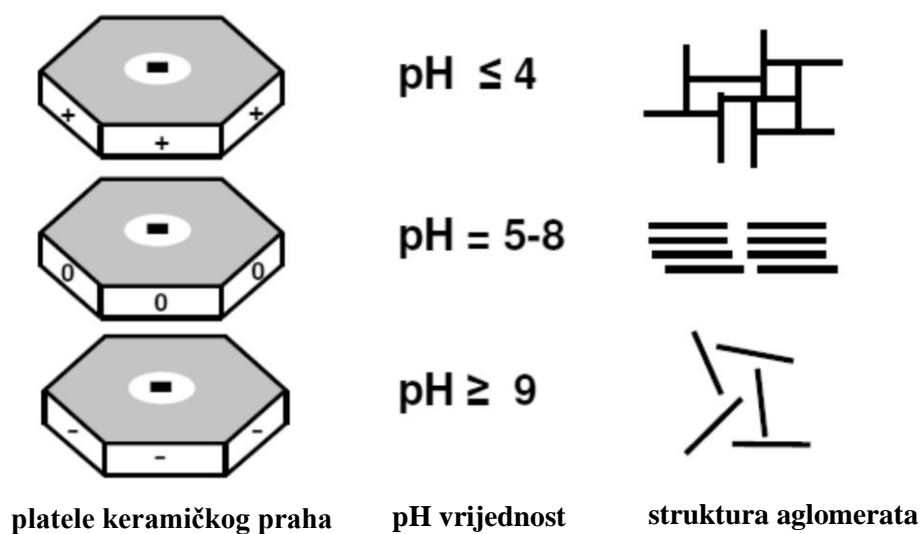
Tablica 3. Svojstva koloidnih otopina [prema 22]

Koloidne otopine
čestice 0,001-0,1 μm
čestice vidljive ultra-mikroskopom
čestice prolaze kroz filter-papir
ne difundiraju
ne dijaliziraju
sporo sedimentiraju
opaliziraju ili su bistre

Ako dođe do povećanja nekog od naboja uz površinu čestice, dolazi do grupiranja čestica suprotnog naboja iz okoline. Time je svaka čestica okružena s dvije razine nabijenih čestica, što je fenomen koji se naziva električni dvosloj. Aglomeracija nastaje kada se nadvlada energetska barijera koja nastaje djelovanjem odbojnih sila. Dakle, čestice koje se sudare energijom većom od energije barijere, sljepljuju se.

Onemogućavanje interakcija među česticama praha postiže se dodavanjem aditiva koji smanjuju viskoznost keramičkih suspenzija. Povećana viskoznost onemogućuje lako lijevanje suspenzije u kalup. Glavni aditivi koji se koriste kako bi se to spriječilo su disperzanti.

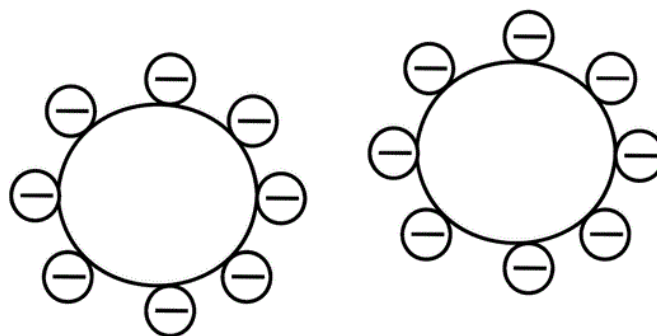
Disperzanti također sprječavaju taloženje (sedimentaciju) keramičkih čestica u vodi. Disperzanti djeluju tako da pravilno raspršuju čestice praha u vodi koje se sušenjem pravilno, gusto slažu i u konačnici daju dobra svojstva keramike. Djelovanje disperzanata temelji se na tri mehanizma, elektrostatičkoj, steričkoj i elektrosteričkoj stabilizaciji, dok se stabilnost ispituje sedimentacijskim testovima (mjeranjem zeta potencijala i veličine čestica) i reološkim ispitivanjima (mjeranje pH i viskoznosti). Iako se sedimentacijski testovi često koriste, primjena im je limitirana kod određivanja stabilnosti koncentriranih suspenzija [16, 21, 23, 33].



Slika 16. Utjecaj naboja na pH vrijednost i strukturu aglomerata [prema 31]

2.5.1. Elektrostatička stabilizacija

Električni naboj se na površini molekule može inducirati ili ionizacijom/disocijacijom molekula ili adsorpcijom iona iz polarne otopine. Disocijacijom se, također, mijenja i pH otopine. Kiseline postaju protondonori koji se vežu za bazične skupine i čine ukupni naboj molekule pozitivnim, dok baze postaju protonakceptori te čine makromolekule negativno nabijene. Regulacijom pH može se neutralizirati naboj – smanjenjem pH u slučaju negativnih čestica, tj. povećanjem pH za pozitivne čestice. Elektrostatička stabilizacija se temelji na dodavanju iona u sustave kako bi se dobila stabilna suspenzija. Time se mijenja naboj čestica, čime se pojačavaju odbojne sile i sprječava aglomeracija. Glavni nedostatak ove metode je što rezultati nisu dugoročni [16, 30].

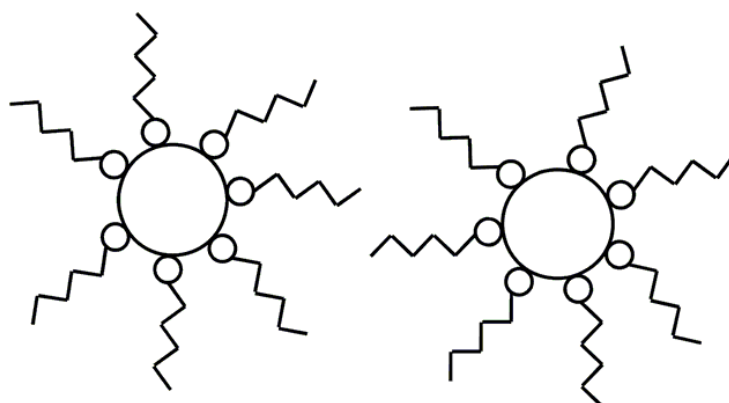


Slika 17. Elektrostatika stabilizacija [prema 24]

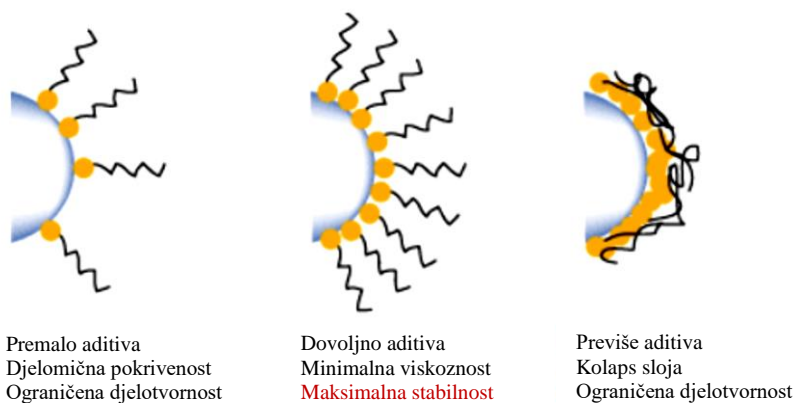
2.5.2. Sterička stabilnost

Sterička stabilnost osigurava se dodatkom organskih tvari u sustav. Organske tvari su najčešće kopolimerne makromolekule koje imaju „glavu“ i „rep“. Glava zbog velikog afiniteta prema keramičkoj čestici, ulazi u nju (usidri se), dok se rep slobodno grana u tekuću fazu prema kojoj on ima veći afinitet. Time se stvara polimerni film koji obavija čestice keramičkog praha te sprječava njihov kontakt i aglomeraciju.

Da bi se postigla sterička stabilnost, tj. pravilno odbijanje molekula, udio polimernog disperzanta mora biti optimalan. Ukoliko je disperzanta premalo, može doći do aglomeracije. Također, ukoliko ga se doda previše, dolazi do petljanja polimernih lanaca čime oni gube svoju funkciju (slika 19). Nedostatak metode je visoka cijena polimera koji pri visokoj temperaturi sinteriranja hlapi ili izgara čime može doći do deformacije materijala [16].



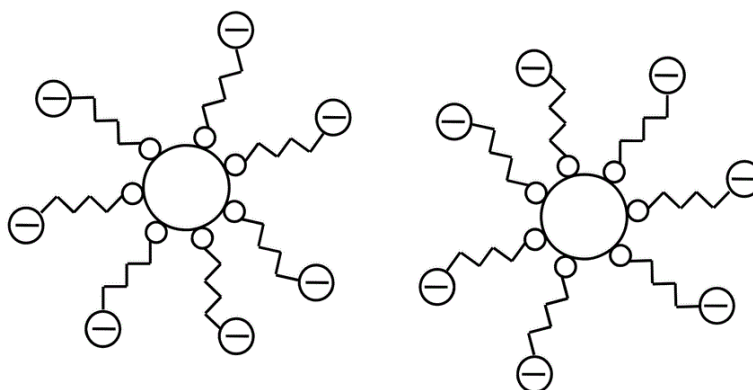
Slika 18. Sterička stabilizacija [prema 24]



Slika 19. Utjecaj količine disperzanta na stabilnost [prema 31]

2.5.3. Elektrosterička stabilizacija

Najnoviji način stabilizacije suspenzija je elektrosterička stabilizacija. Ona je kombinacija elektrostatičke i steričke stabilizacije, a uvodi se jer iste nisu bile učinkovite za sve sustave. Elektrosterička stabilizacija temelji se na principu dodavanja polimernog disperzanta (polielektrolita) koji ulazi u keramičku česticu, ali i ionizacije molekula kako bi se čestice odbijale. Polielektrolit koji se koristio u ovom radu je Darvan C-N, amonijeva sol polimetakrilne kiseline [16].

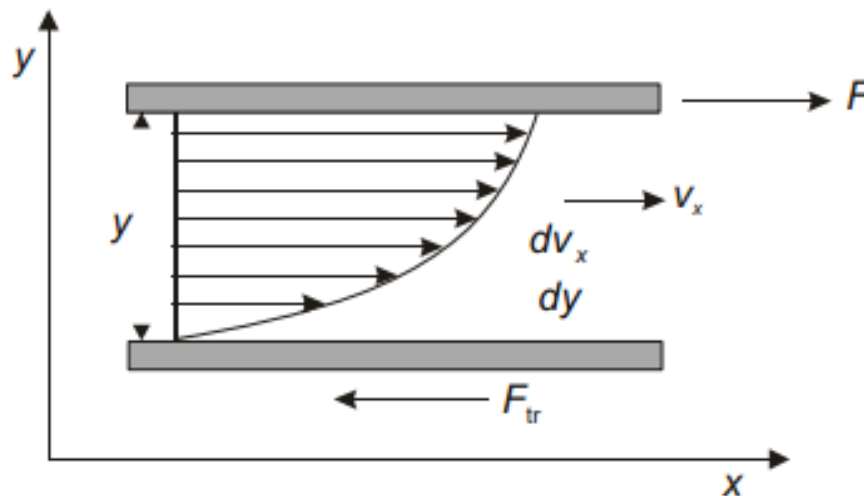


Slika 20. Elektrosterička stabilizacija [prema 24]

2.6. Reološka svojstva

Reologija (grč. *rhéōlogia*) je znanost koja se bavi tečenjem tvari, tj. njihovim deformacijama i karakteristikama pod djelovanjem vanjskih sila. Jedinica za viskoznost je 1 P (poise), što je jednako $0,1 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (paskal·sekunda). Reologija proučava razne fluide, od suspenzija, polimera pa sve do hrane i aditiva, tjelesnih tekućina i sl. Pod djelovanjem sila, fluidi se mogu ponašati

plastično, elastično ili viskozno. Viskoznost je prvi opisao Isaac Newton koji je promatrao gibanje kapljevine između dviju paralelnih čvrstih ploča (slika 21) [26].



Slika 21. Gibanje fluida [25]

Pod pretpostavkom da donja ploča miruje, a da se gornja ploča giba pod djelovanjem sile F , nekom brzinom v , zbog viskoznosti dolazi do trenja između fluida i ploča. Gornja ploča tada zamišljeno povlači sloj po sloj fluida, dok se donja ploča silom trenja pokušava oduprijeti gibanju. Newtonov zakon tada se opisuje izrazom

$$F = \eta \cdot S \cdot \frac{v}{y}, \text{ za}$$

η = dinamička viskoznost [mPa·s],

S = površina,

$\frac{v}{y} = \frac{dv}{dy}$, linearna promjena brzine s udaljenosti od ploča.

Viskoznost se može opisati kao otpor tekućine prema tečenju. Što je viskoznost veća, to je veće trenje među česticama i potrebna je veća sila za gibanje fluida.

Newtonovim zakonom opisuje se prijenos smičnog naprezanja sa sloja fluida na sljedeći sloj prema formuli

$$\tau = \eta \cdot \gamma, \text{ tj.}$$

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma}, \text{ za}$$

τ = smično naprezanje [Pa],

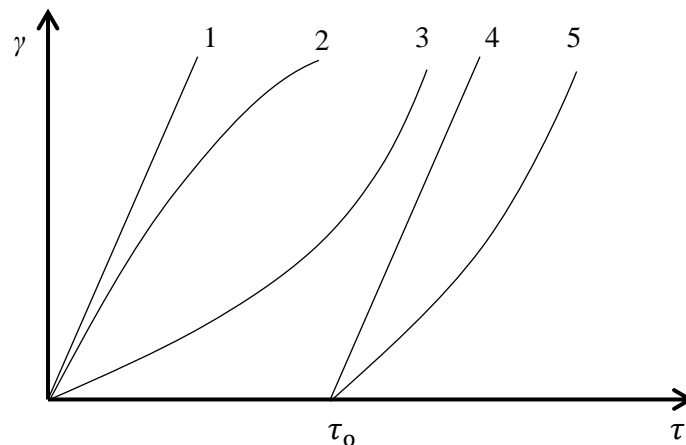
γ = smična brzina [1/s].

Newtonske fluide karakterizira proporcijalni odnos smičnog naprezanja i smične brzine.

Fluide možemo podijeliti na:

- | | |
|------------------------------------------|----------------------|
| 1) Newtonske fluide | |
| 2) dilatantne fluide | |
| 3) strukturno viskozne fluide | } Nenewtonski fluide |
| 4) idealno plastične (Binghamove) fluide | |
| 5) neidealno plastične fluide | |

Kod nenewtonskih fluida, viskoznost ovisi o smicanju i vremenu. Za njih se koristi termin prividna viskoznost (τ/γ).



Slika 22. Karakteristični dijagram smicanja za fluide (oznake 1-5 istovjetne s podjelom fluida) [prema 27]

za τ_0 = granica tečenja.

Dilatantni fluide pokazuju svojstvo povećanja prividne viskoznosti povećanjem smičnog naprezanja. Za razliku od njih, strukturno viskozni fluide, tj. pseudoplastični fluide pokazuju suprotno svojstvo. Kod njih se prividna viskoznost smanjuje povećanjem smičnog naprezanja. Primjeri dilatantnih fluida su disperzije (često razne vrste pasta s koncentracijom čestica

većom od kritične volumne koncentracije), a pseudoplastičnih fluida sustavi s asimetričnim krutim česticama orijentiranim u smjeru tečenja fluida ili sustavi s polimernim molekulama koje se deformiraju s obzirom na brzinu tečenja.

Binghamovi i neidealni plastični fluidi pripadaju skupini plastičnih fluida. Kod njih tečenje započinje pri τ_0 , a iznad te vrijednosti ponašaju se kao Newtonski i pseudoplastični fluidi.

Fluidi, također, posjeduju različita svojstva kao što je rast ili smanjenje njihove viskoznost u vremenu pri nekoj smičnoj brzini ili naprezanju. Reopeksni fluidi su oni kod kojih se prividna viskoznost povećava u vremenu, a suprotni njima su tiksotropni fluidi [16, 27, 31].

Mjerenjem reoloških svojstava bavi se viskozimetrija. Danas postoji velik broj mjernih tehnika i viskozimetara, ali najčešće se koriste:

- a) kapilarni viskozimetri,
- b) Binghamov viskozimetar,
- c) kinematički viskozimetri,
- d) rotacijski viskozimetri,
- e) viskozimetar konus-ploča,
- f) drugi [27].

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. Polazni materijali

Za pripremu keramičke suspenzije korišten je komercijalni nanonstrukturirani keramički Al_2O_3 prah visoke čistoće (proizvođač Alcan Chemicals, SAD), destilirana voda te disperzant.

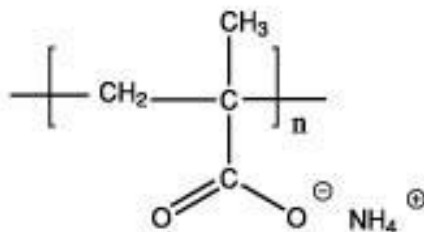
Tablica 4. Kemijski sastav Al_2O_3 praha

komponenta	MgO	Fe_2O_3	SiO_2	Na_2O	CaO	Al_2O_3
w, %	0,066	0,015	0,02	0,05	0,013	ostatak

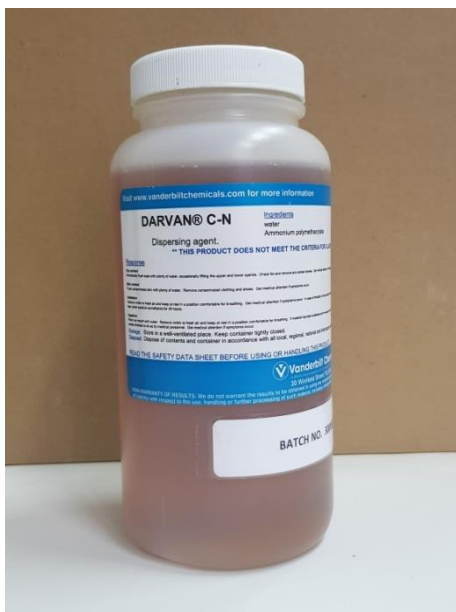


Slika 23. Al_2O_3 prah

Disperzant se dodaje kako bi se postigla elektrostatička stabilnost suspenzije. U ovom radu korišten je komercijalni polielektrolitni disperzant Darvan C-N. Prema kemijskom sastavu Darvan C-N je amonijeva sol polimetakrilne kiseline.



Slika 24. Strukturna formula Darvan C-N



Slika 25. Korišteni disperzant Darvan C-N

Sve suspenzije sadrže 70% suhe tvari (Al_2O_3). Kako bi se dobio zadani omjer, potrebno je izračunati masu praha koja čini suspenziju.

Prema

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{m(\text{Al}_2\text{O}_3)}{m(\text{Al}_2\text{O}_3) + V(\text{voda})},$$

za $V(\text{voda}) = 40 \text{ mL}$ i $w(\text{Al}_2\text{O}_3) = 70\%$

$$m(\text{Al}_2\text{O}_3) = 96 \text{ g}.$$

Smješano je pet suspenzija koje sadrže različit udio disperzanta, od 0,4 do 1,2%. Sastav suspenzija prikazan je u tablici 5.

Masa disperzanta određena je preko jednadžbe

$$m(\text{disperzant}) = \frac{m(\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot w(\text{disperzant})}{100}.$$

Tablica 5. Sastav pripremljenih suspenzija

Suspenzija	$m(\text{Al}_2\text{O}_3)$, g	$V(\text{voda})$, mL	udio disperzanta*, %	$m(\text{disperzant})$, g
1	96	40	0,4	0,384
2			0,6	0,576
3			0,8	0,768
4			1,0	0,960
5			1,2	1,152

*u odnosu na masu suhe tvari, tj. praha

3.2. Priprava suspenzije

Kako bi se pripravila suspenzija, prvo je potrebno odmjeriti sve komponente. Keramički prah i disperzant važu se pomoću precizne vage. Prah se stavlja u mjernu čašu, a disperzant u metalnu posudicu. Pomoću menzure mjeri se količina destilirane vode (slika 26).



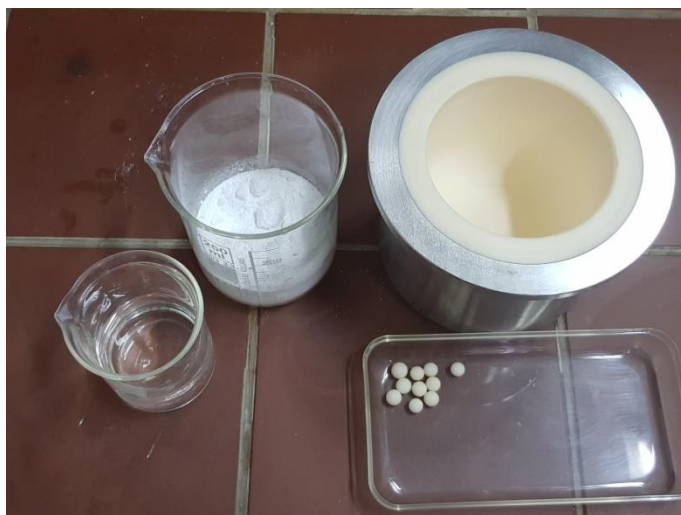
a)



b)

Slika 26. a) vaganje disperzanta, b) laboratorijska oprema

Sve se komponente potom stavljaju u posudu za homogenizaciju, ali posebnim redoslijedom. Prvo se destiliranom vodom ispire disperzant iz posudice te se u malim količinama dodaje keramički prah i miješa staklenim štapićem. Kada se sve dobro izmiješa, u posudu za homogenizaciju dodaju se kuglice (10 kuglica promjera 10 mm) (slika 27).



Slika 27. S lijeva na desno: otopljeni disperzant u vodi, prah, posuda, kuglice

I posuda i kuglice načinjene su od Al_2O_3 kako pri miješanju nebi došlo do kontaminacije smjese (kuglice se troše udaranjem o stijenke posude). Posuda se stavlja u planetarni kuglični mlin PM 100 (Retsch GmbH, Njemačka).



Slika 28. Planetarni kuglični mlin Retsch PM 100 izvana (lijevo gore),
iznutra (lijevo dolje te detalj desno)

Planterani kuglični mlin radi na principu planetarnog sustava (kako je i dobio ime), tako da se homogenizacijska posuda rotira i oko svoje osi i oko središnje osi. Na planetarnom kugličnom mlinu određuju se parametri homogenizacije: vrijeme - 90 min i brzina vrtnje - 300 okretaja/minuti. Kako bi se uklonile kuglice iz suspenzije nakon homogeniziranja, koristi se sito. Suspenziju je potrebno premjestiti u mjernu čašu za lakše daljnje rukovanje. Za uklanjanje mjehurića zraka koji su nastali procesom homogenizacije i zaostalih aglomerata, potrebno je suspenziju staviti u ultrazvučnu kupelj BRANSONIC 220 (Branson Ultrasonics Corp., SAD) na 15 minuta pri frekvenciji 50 kHz i snazi 120 W.



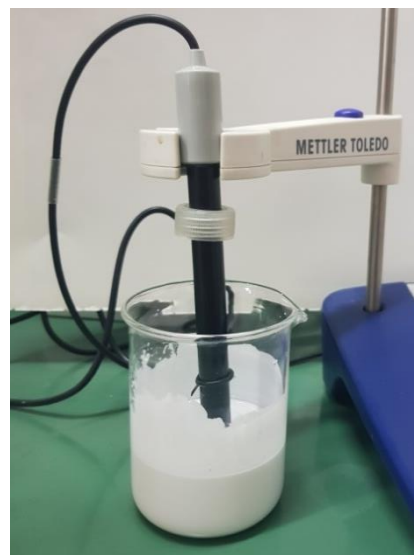
Slika 29. Ultrazvučna kupelj BRANSONIC 220

Pripravljenim suspenzijama se tada mjeri pH vrijednost i reološka svojstva.

pH svake suspenzije određuje se pomoću pH metra METTLER TOLEDO. Tipični pH metar sastoji se od sonde za mjerenje (staklene elektrode) koja je spojena na elektronski metar koji očitava i prikazuje izmjerenu vrijednost. Sonda mjeri pH kao aktivnost vodikovih iona koji okružuju njen okruglasti vrh. Elektronski metar pretvara malu voltažu koju proizvodi sonda u pH vrijednost i prikazuje na ekranu.



a)



b)

Slika 30. a) pH metar, b) sonda uronjena u suspenziju

Reološka svojstva određena su pomoću rotacijskog viskozimetra Brookfield DV-III Ultra. Suspenzija se ulijeva u mali cilindar u koji se stavlja vreteno. Viskoznost se mjeri tako da se vreteno rotira u suspenziji prvo rastućom brzinom od $0,1$ do 180 s^{-1} , a potom usporavanjem od 180 do 0 s^{-1} u 100 jednakih intervala. Pri svakoj brzini, uzorak se zadržavao 3 sekunde, a viskoznost se očitavala neposredno prije svake promjene brzine. Dakle, rotacijom vretena određuje se otpor koji rotaciji pruža suspenzija te se na taj princip računa njena viskoznost. Na računalu se eksperimentalni rezultati uspoređuju s potencijskim (Power-law) modelom, Binghamovim plastičnim modelom te Herschel-Bulkleyjevim modelom [16, 28].



Slika 31. Rotacijski viskozimetar Brookfield DV-III Ultra i detalj lijevo (komora za uzorak)

4. REZULTATI I RASPRAVA

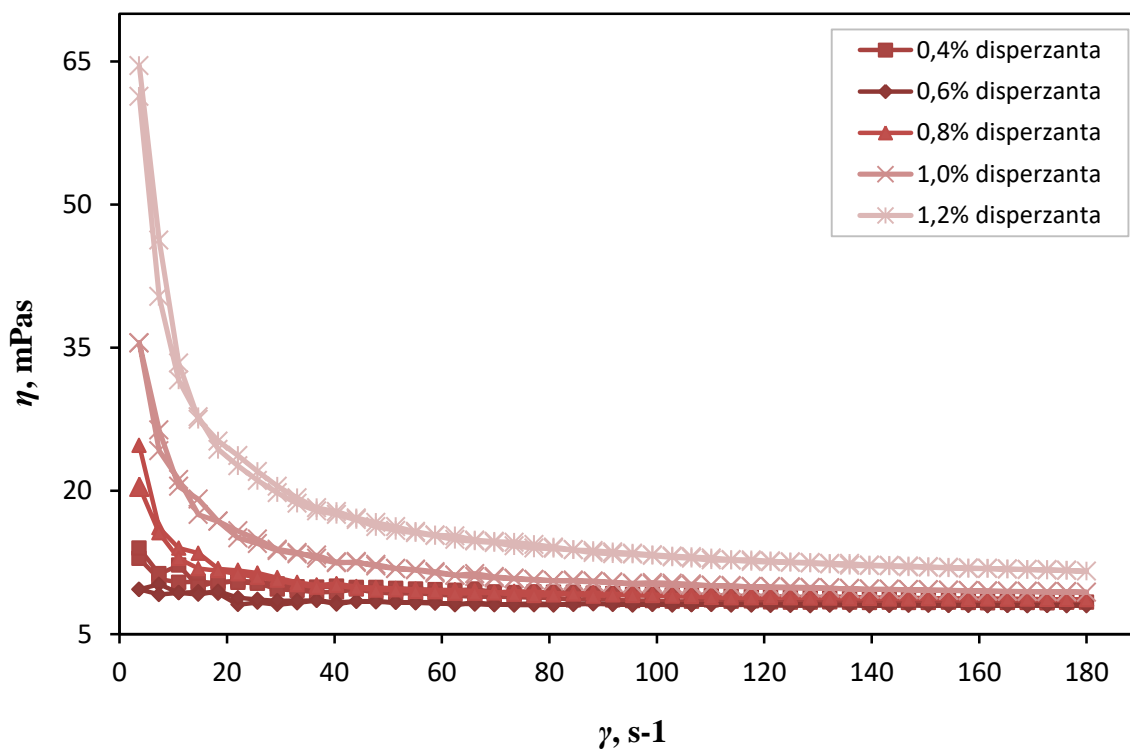
Mjerenjem pH suspenzija dobiveni su rezultati u tablici 6.

Tablica 6. Prosječna pH-vrijednost pripremljenih suspenzija

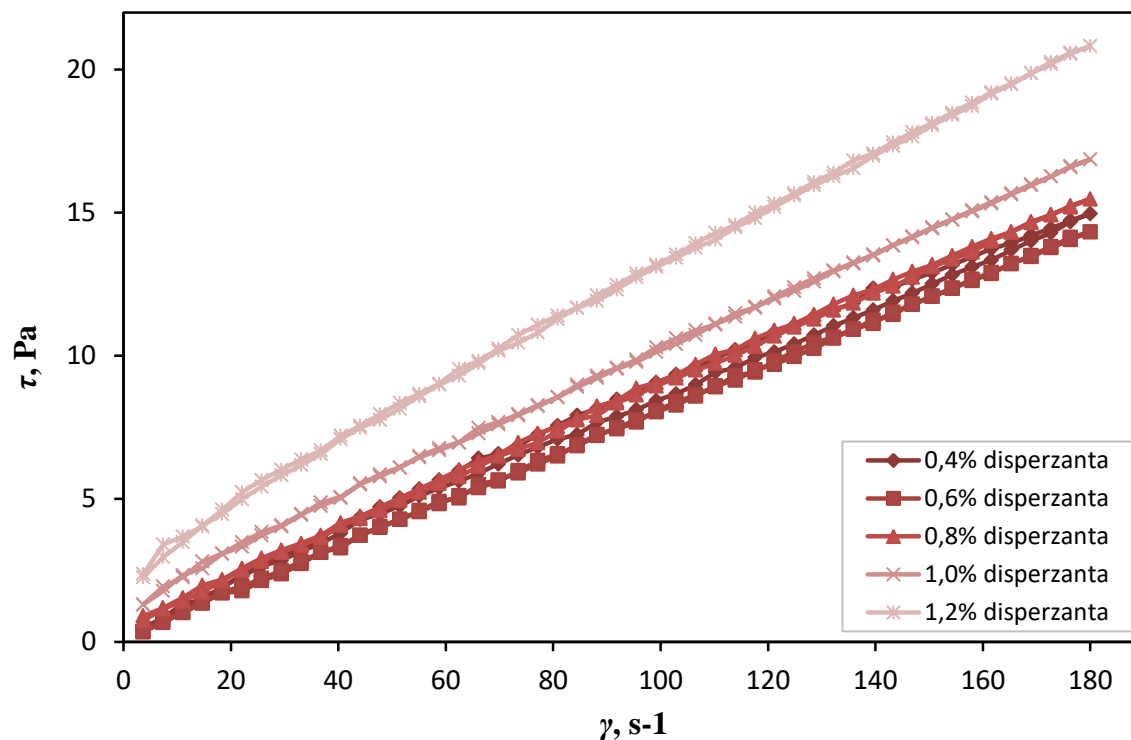
Suspenzija	1	2	3	4	5
pH-vrijednost	8,59	8,80	8,63	8,74	8,62

Bazičnost suspenzije javlja se zbog povećanja negativnih naboja na površini čestica pri disocijaciji disperzanta u otopini. Rezultat toga je jače odbijanje čestica unutar suspenzije [32].

Rezultati reoloških mjerenja 70%-tnih Al_2O_3 suspenzija s različitim udjelom disperzanta prikazani su dijagramima ovisnosti viskoznosti o brzini smicanja te smičnog napreznja o brzini smicanja (slika 32 i 33). Na temelju tih dijagrama moguće je dobiti informacije o interakcijama između čestica unutar suspenzije.

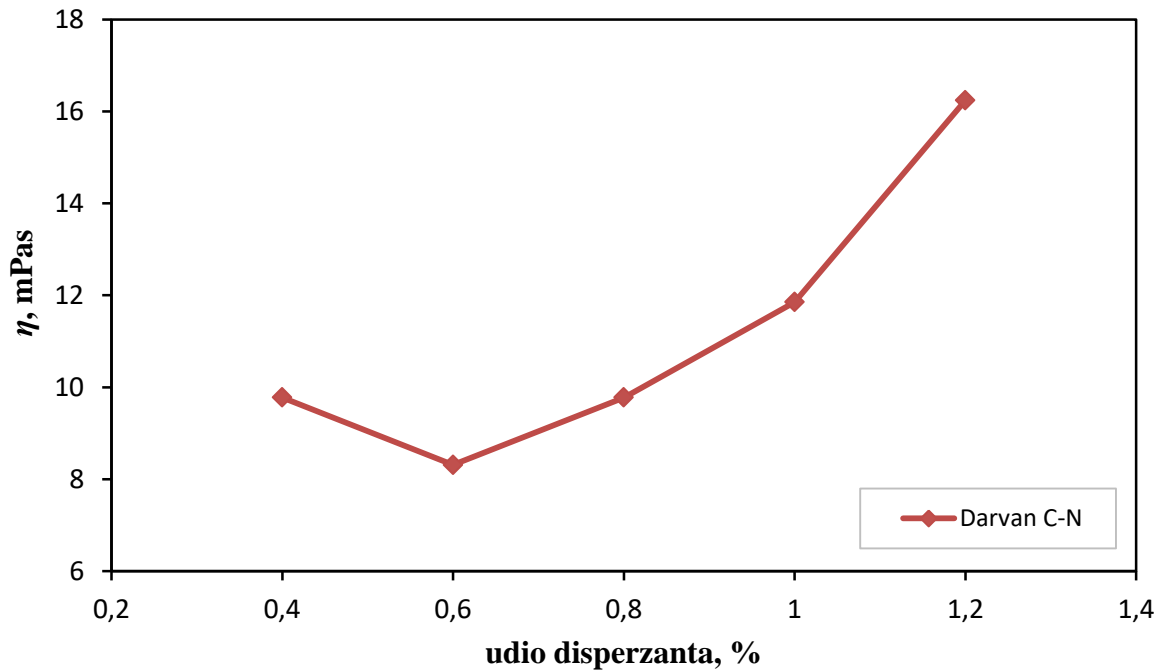


Slika 32. Ovisnost viskoznosti o smičnoj brzini



Slika 33. Ovisnost smičnog naprezanja o smičnoj brzini

Iz slike 32 može se zaključiti kako viskoznost pada porastom smične brzine za sve koncentracije disperzanta, a iduća slika (slika 33) prikazuje rast smičnog naprezanja povećanjem smične brzine, također za sve koncentracije disperzanta. Veća razlika u viskoznosti i smičnom naprezanju vidljiva je između koncentracije od 1,0% i 1,2% disperzanta, dok je za ostale vrijednosti razlika skoro zanemariva. Najmanja viskoznost i smično naprezanje dobivena je za udio od 0,6% disperzanta. Oba dijagrama ukazuju na tipično pseudoplastično ponašanje koje je karakteristično za Nenevtonske fluide.



Slika 34. Ovisnost viskoznosti o udjelu disperzanta

Iz dijagrama ovisnosti viskoznosti o udjelu disperzanta (slika 34) može se zaključiti kako se optimalna viskoznost (najmanja viskoznost) dobiva za 0,6% disperzanta. Viskoznost se povećava smanjenjem ili povećanjem koncentracije u odnosu na optimalnu.

Dijagrami tečenja mogu se prikazati matematički, preko formula koje opisuju reološka svojstva. Najčešći modeli koji se koriste za opisivanje Nenevtonskih fluida su: Binghamov model, Herschel Bulkley model i Power-law model. [33] Ti modeli služe za objašnjenje, karakterizaciju i predviđanje pseudoplastičnog ponašanja fluida.

Binghamov model opisuje jednačba

$$\tau = \tau_0 + \rho\gamma.$$

Herschel-Bulkleyjev model opisuje jednačba

$$\tau = \tau_0 + k\gamma^n.$$

Iz jednačbe se može zaključiti da se prije dostizanja granice tečenja fluid ponaša kao krutina. Ovisno o koeficijentu tečenja n fluidi se mogu ponašati pseudoplastično ($n < 1$), dilatantno ($n > 1$) ili kao Newtonski fluidi ($n = 1$). [34]

Power-law model opisuje jednačba

$$\tau = k\gamma^n.$$

U upotrijebljenim modelima prisutne su sljedeće fizikalne veličine:

τ – smično naprezanje, Pa,

τ_0 – granica tečenja, Pa,

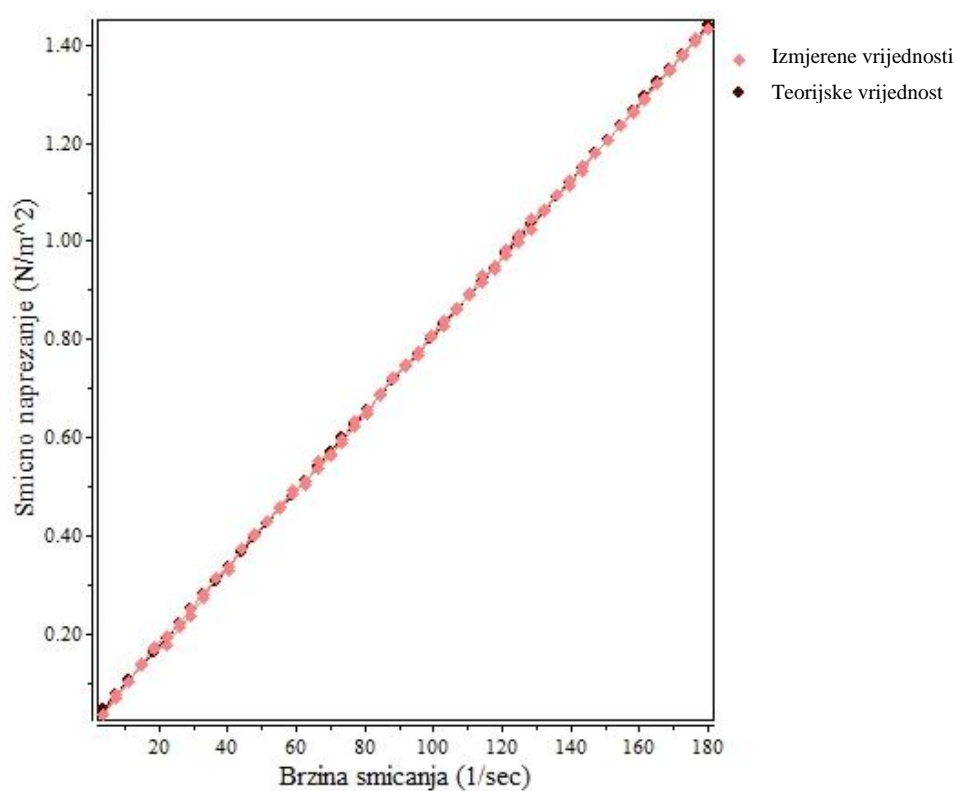
k – indeks konzistencije (tečenja),

γ – smična brzina, s^{-1} ,

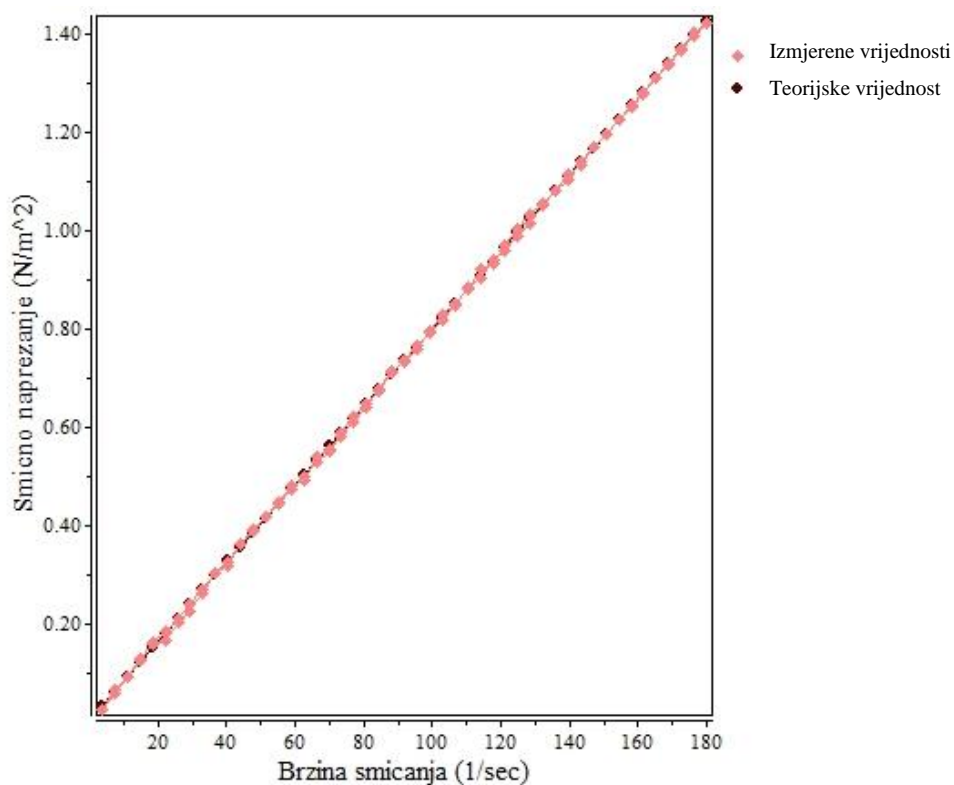
n – konstanta smične brzine,

ρ – plastična viskoznost, Pa.

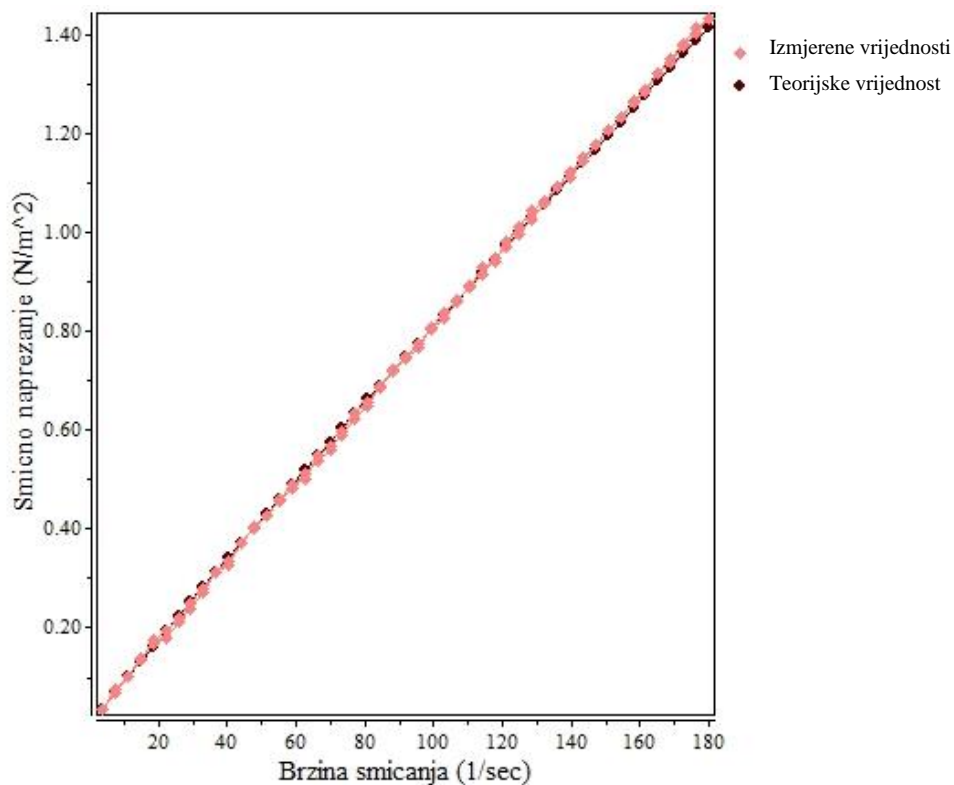
Na slikama 35, 36 i 37 prikazana je softverska obrada prikupljenih podataka uzoraka 70 %-tne Al_2O_3 suspenzije s 0.6 % disperzanta. Podaci su obrađeni matematičkim modelima (Binghamov model, Herschel Bulkley model i Power-law model [33]) uz korištenje programskog paketa Rheocalc V3.3. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 7.



Slika 35. Obrada rezultata reoloških mjerenja 70%-tne Al_2O_3 suspenzije s 0,6 % disperzanta Darvan C-N u programskom paketu Rheocalc V3.3: Binghamov model



Slika 36. Obrada rezultata reoloških mjerenja 70%-tne Al_2O_3 suspenzije s 0.6 % disperzanta Darvan C-N u programskom paketu Rheocalc V3.3: Herschel-Bulkley model



Slika 37. Obrada rezultata reoloških mjerenja 70%-tne Al_2O_3 suspenzije s 0.6 % disperzanta Darvan C-N u programskom paketu Rheocalc V3.3: Power-law model

Tablica 7. Parametri različitih modela za 70%-tnu suspenziju Al_2O_3 stabiliziranu s različitim udjelima disperzanta

Suspenzija	w^* , %	BINGHAM			HERSCHEL BULKLEY				POWER LAW		
		τ_0	ρ	R^2	τ_0	k	n	R^2	k	n	R^2
1	0,4	0,06	8,10	0,940	0,00	14,5	0,89	0,997	14,4	0,89	0,972
2	0,6	0,02	7,90	0,983	0,01	8,58	0,98	1,000	10,3	0,95	0,986
3	0,8	0,07	8,29	0,980	0,05	10,4	0,96	1,000	21,4	0,81	0,957
4	1,0	0,16	8,60	0,975	0,11	13,6	0,91	1,000	41,4	0,70	0,952
5	1,2	0,29	10,2	0,973	0,20	19,9	0,88	1,000	80,4	0,61	0,947

*udio disperzanta u odnosu na masu suhe tvari, tj. praha

S obzirom na koeficijent korelacije (R^2) iz tablice 7, najbolje poklapanje s izmjerenim vrijednostima ima Herschel-Bulkleyjev model u odnosu na preostala dva modela. Također, koeficijenti tečenja kod svih modela su manji od jedan ($n < 1$) te je još jednom dokazano da se suspenzija ponaša pseudoplastično.

5. ZAKLJUČAK

Reološka mjerenja (krivulje tečenja i reološki parametri) provela su se na pet 70%-tnih Al_2O_3 suspenzija s različitim udjelima disperzanta Darvan C-N. Udjeli disperzanta kretali su se od 0,4 do 1,2% volumnog udjela.

Na temelju dobivenih rezultata mjerenja reoloških svojstava može se zaključiti sljedeće:

- 70%-tna Al_2O_3 suspenzija pri brzini smicanja koja odgovara gravitacijskom lijevu (50 s^{-1}) i s udjelom disperzanta Darvan C-N od 0,6% ima najnižu viskoznost ($\eta = 8,3124 \text{ mPa}\cdot\text{s}$).
- Povećanjem udjela disperzanta dolazi do porasta viskoznosti.
- Dijagrami tečenja i koeficijenti tečenja pokazuju tipično pseudoplastično ponašanje 70%-tne Al_2O_3 suspenzije.
- Dobivene vrijednosti koeficijenata korelacije pokazuju da od svih teoretskih modela, primjenjenih za 70%-tnu Al_2O_3 suspenziju, najbolje poklapanje ima Herschel-Bulkey model.

Ovim je istraživanjem potvrđeno da udio disperzanta ima velik utjecaj na stabilizaciju 70%-tne Al_2O_3 suspenzije. Dodatkom 0,6 % disperzanta Darvan C-N 70%-tnoj Al_2O_3 vodenoj suspenziji moguće je dobiti stabilnu suspenziju s dispergiranim Al_2O_3 česticama koja je pogodna za oblikovanje lijevanjem suspenzija.

LITERATURA

- [1] <http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=31230>, prosinac 2017.
- [2] <https://oi.uchicago.edu/>, siječanj 2018.
- [3] <https://en.wikipedia.org/wiki/Ceramic>, siječanj 2018.
- [4] Filetin, T., Kovačićek, F., Indof, J. (2002). *Svojstva i primjena materijala*. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje.
- [5] Smith, W.F. (1990). *Principles of materials science and technology*, 2.izdanje, McGraw-Hill Publishing Comp.
- [6] Ćurković, L. (2015). Keramika, beton, drvo 1. [Powerpoint prezentacija]
- [7] Nemetalni materijali – keramika. (2010). [Powerpoint prezentacija]
- [8] Filetin, T., Kramer, I. (2005). *Tehnička keramika*, prijevod, Zagreb:FSB
- [9] <http://accuratus.com/alumox.html>, siječanj 2018.
- [10] <https://www.ceramtec.com/ceramic-materials/aluminum-oxide/>, siječanj 2018.
- [11] <http://www.hardmaterials.de/html/alpha-al2o3.html>, siječanj 2018.
- [12] <https://www.mineralienatlas.de/index.php>, siječanj 2018.
- [13] <https://www.jewelinfo4u.com/>, siječanj 2018.
- [14] <http://www.minerals.net/mineral/bauxite.aspx>, siječanj 2018.
- [15] Anand, R. (2014) *Preparation of dense alumina ceramic by slip casting method*. (Diplomski rad)
- [16] Majić Renjo, M. (2016). *Poboljšanje svojstava aluminijske oksidne keramike dodatkom nanočestica cirkonijeva oksida*. (Doktorska disertacija)
- [17] <https://www.indiamart.com/proddetail/aluminium-oxide-thread-guides-13013160212.html>, siječanj 2018.
- [18] Ćurković, L. (2015). Keramika, beton, drvo 2 [Powerpoint prezentacija]
- [19] Ćurković, L. (2016). Keramika, keramički kompoziti, metalni kompoziti. [Powerpoint prezentacija]
- [20] <https://www.britannica.com/technology/slip-casting>, veljača 2018.
- [21] Majić Renjo, M., Župetić, R., Ćurković, L. Ispitivanje stabilnosti Al_2O_3 suspenzija sedimentacijskim testovima. (str.172-178), Zavod za materijale, FSB, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb
- [22] Grlić, Lj., Velimirović M., (1967). *Kemija*, Zagreb:Panorama

- [23] Sever, I. Priprava stabilne suspenzije za oblikovanje Al_2O_3 keramike lijevanjem. [Powerpoint prezentacija]
- [24] Tan, T.B., Chu, W.C., Yussof, N.S., Abas, F., Mirhosseini, H., Cheah, Y.K., Nehdi, I.A., Tan, C.P. (2016). Physicochemical, morphological and cellular uptake properties of lutein nanodispersions prepared by using surfactants with different stabilizing mechanisms
- [25] Glasnović, A. (2012). Prijenos tvari i energije, skripta, Zagreb:FKIT
- [26] Brookfield, A. (2005). *Guide to Getting More From Your Brookfield Viscosimeter*, More Solutions to Sticky Problems
- [27] Reologija. [Powerpoint prezentacija] Zagreb:FKIT, preuzeto s <https://www.fkit.unizg.hr/download/repository/REOLOGIJA.pdf>
- [28] Andrić, I., Majić Renjo, M., Ćurković, L., Priprava stabilne suspenzije za lijevanje kompozitne keramike, Zavod za materijale, FSB, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb
- [29] Sever, I., Ćurković, L., Švagelj, Z., Žmak, I. (2018). Stabilization of highly concentrated alumina suspensions by different dispersants. Zavod za materijale, FSB, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb
- [30] Adachi, N., Hashiba, M., Sakurada, O. (2004). Rheological properties of slurries prepared using a planetary mixer, 1055-1058, Department of Materials Science and Technology, Faculty of Engineering, Gifu University, Gifu 501-1193, Japan
- [31] Mechanisms of action of deflocculants and dispersants in ceramic bodies, Zschimmer & Schwarz, Chemische Fabriken
- [32] Singh, B.P., Bhattacharjee, S., Besra, L., Sengupta, D.K. (2004). Evaluation of dispersibility of aqueous alumina suspension in presence of Darvan C, 939–946, Regional Research Laboratory, India
- [33] Majić Renjo, M., Lalić, M., Ćurković, L., Matijašić, G. (2012). Rheological properties of aqueous alumina suspensions, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 43(11), 979-983
- [34] https://en.wikipedia.org/wiki/Herschel%E2%80%93Bulkley_fluid, veljača 2018.
- [35] Ćurković, L., Fudurić Jelača, M., Kurajica, S. (2008) Corrosion behavior of alumina ceramics in aqueous HCl and H_2SO_4 solutions, *Corrosion Science*, 50, 872–878